

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-186149

(43) 公開日 平成6年(1994)7月8日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 1/22	Y	7519-2 J		
31/00	B	7132-2 J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平4-298196

(22) 出願日 平成4年(1992)10月12日

(71) 出願人 000005968

三菱化成株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 長谷川 和弘

神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化成  
株式会社茅ヶ崎事業所内

(72) 発明者 田中 豊

神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化成  
株式会社茅ヶ崎事業所内

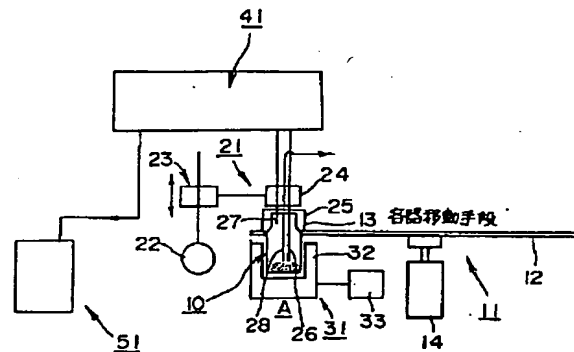
(74) 代理人 弁理士 川崎 隆夫

(54) 【発明の名称】 水分測定装置

(57) 【要約】

【目的】 ドライバージ下で被測定試料を容納させると共に、開口部を薄膜シート状蓋片により被蓋して密封シールさせた試料容器を用い、当該試料容器に関して、この密封シール状態を保持したまま被測定試料の水分測定を行ない得るようにする。

【構成】 試料容器10を測定位置Aに給送させる試料給送手段11と、測定位置Aの上方待機位置に配置され、上下作動機構23によって上下作動される測定基板24を設け、測定基板24には、中空針状のドライガス噴出管26、気化水分導出管27を固定させ、測定基板24の下降時に、噴出管26、導出管27の下部管端開口部を測定位置Aに突出させて薄膜シート状蓋片3に直接、刺通させる測定作動装置21と、測定位置Aでの試料容器10を外周周から加熱して被測定試料2の含有水分を気化させる加熱装置31と、気化水分導出管27から取り出される気化水分をドライバージ下で測定部51に導出する測定系ドライバージ装置及び流路制御装置41とを備えて構成する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ドライバージ下で被測定試料を容納させると共に、開口部を薄膜シート状蓋片により被蓋して密封シールさせた試料容器を用い、当該試料容器内での被測定試料の含有水分量を測定する水分測定装置であって、

前記試料容器を順次測定位置に給送させる試料給送手段と、

前記測定位置の上方に対応する待機位置に配置され、上下作動機構によって上下作動される測定基板を有し、当該測定基板には、少なくともそれぞれに中空針状をなしてドライガスを下方に噴出するドライガス噴出管、および気化水分を取り出す気化水分導出管を下方に向けて固定させ、測定基板の下降時に、当該噴出管、および導出管の各下部管端開口部を測定位置に突出させて、前記試料容器の薄膜シート状蓋片に直接、刺通させ得るようにした測定作動装置と、

前記測定位置での試料容器を外周囲から加熱して、当該試料容器内での被測定試料の含有水分を気化させる加熱装置と、

前記気化水分導出管を通して取り出される気化水分をドライバージ下で測定部に導出する測定系ドライバージ装置及び流路制御装置とを、

少なくとも備えることを特徴とする水分測定装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、水分測定装置、特に、試料容器内に容納された被測定試料を加熱して水分を気化させ、当該試料中に含まれる水分量を測定するカール・フィッシャー水分定量法を実施するための水分測定装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 一般に、カール・フィッシャー水分定量法を用いる水分測定装置においては、ドライバージされた試料容器内に被測定試料を容納しておき、当該試料容器内を測定部に接続させた上で、これを外部から加熱して水分を気化させ、かつ気化された水分をキャリアガスにより測定部に導入させて、その水分量を測定するようにしている。

【0003】 すなわち、従来のこの種の水分測定装置の場合には、被測定試料の水分測定に先立って、例えば、特開平1-216226号公報に開示されているように、予めドライバージされた試料容器内に被測定試料を容納すると共に、その開口部を蓋部材の被蓋で密封シールさせておく必要があり、この公知手段では、このようにドライバージ下で被測定試料を密封容納した試料容器について、加熱気化処理の直前に蓋部材を取り外して開蓋させ、かつ当該開蓋された試料容器を装置の測定位置に移動して再度、Oリングの介在で密封状態にシールさせ、その後、先のように操作処理して測定するのであ

る。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前記した従来の水分測定装置では、被測定試料を容納した試料容器を用いる測定に際して、まず、加熱気化処理の直前に蓋部材を取り外して一旦、開蓋させ、ついで、装置の測定位置に移動し、再度、密封シールさせるようにしているために、せっかくドライバージ下で被測定試料を密封容納した試料容器内に対しては、一旦、開蓋させた後、再度、密封シールさせるまでの間に、たとえ微量ではあるにせよ、周囲雰囲気から水分が侵入して、被測定試料の含有水分量を正確かつ厳密には測定し得ないという、この種の水分測定装置にとっては致命的な欠陥ともなりかねない問題点があった。

【0005】 この発明は、このような従来の問題点を解消するためになされたもので、その目的とするところは、ドライバージ下で被測定試料を試料容器内に容納かつ密封シールさせておき、当該試料容器に関して、この密封シール状態を保持したまま被測定試料の水分測定を行ない得るようにした、この種の水分測定装置を提供することである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 前記目的を達成するために、この発明に係る水分測定装置は、予めドライバージされた試料容器内に被測定試料を容納すると共に、当該試料容器の開口部を薄膜シート状蓋片により被蓋して密封シールさせておき、被測定試料の水分測定に際しては、試料容器を開蓋させることなく、ドライバージ下で薄膜シート状蓋片に中空針状の連通管を直接、刺通して容器内に連通させ、当該中空針状連通管を通して気化水分を取り出し、当該気化水分を測定部に導出して測定操作をなし得るようにさせたものである。

【0007】 すなわち、この発明は、ドライバージ下で被測定試料を容納させると共に、開口部を薄膜シート状蓋片により被蓋して密封シールさせた試料容器を用い、当該試料容器内での被測定試料の含有水分量を測定する水分測定装置であって、前記試料容器を順次測定位置に給送させる試料給送手段と、前記測定位置の上方に対応する待機位置に配置され、上下作動機構によって上下作動される測定基板を有し、当該測定基板には、少なくともそれぞれに中空針状をなしてドライガスを下方に噴出するドライガス噴出管、および気化水分を取り出す気化水分導出管を下方に向けて固定させ、測定基板の下降時に、当該噴出管、および導出管の各下部管端開口部を測定位置に突出させて前記試料容器の薄膜シート状蓋片に直接、刺通させ得るようにした測定作動装置と、前記測定位置での試料容器を外周囲から加熱して、当該試料容器内での被測定試料の含有水分を気化させる加熱装置と、前記気化水分導出管を通して取り出される気化水分をドライバージ下で測定部に導出する測定系ドライバ

3

ジ装置及び流路制御装置とを、少なくとも備えることを特徴とする水分測定装置である。

【0008】

【作用】従って、この発明においては、試料給送装置によって測定位置に給送される試料容器に対し、待機位置に保持されている測定作動装置の測定基板を上下作動機構により、当該待機位置から下降作動させることによって、ドライガス噴出管からのドライガスの噴出でドライパージ下にある試料容器の薄膜シート状蓋片に、ドライガス噴出管、および気化水分導出管での中空針状の各下部管端開口部が直接、刺通されて、当該それぞれの各下部管端開口部、ひいては、これらのドライガス噴出管、および気化水分導出管を容器内部に連通させ得るもので、この状態のまま引続き、加熱装置により、試料容器内の被測定試料を加熱して含有水分を気化させ、かつ測定系ドライパージ装置及び流路制御装置により、気化水分をドライパージ下で測定部に導出させて測定操作でき、これによって試料容器内への周囲雰囲気からの水分の侵入を阻止した状態での測定が可能になる。

【0009】

【実施例】以下、この発明に係る水分測定装置における試料充填装置の実施例につき、図1ないし図3を参照して詳細に説明する。

【0010】図1は、この発明の一実施例を適用した水分測定装置の概要を模式的に示す構成説明図であり、図2(a)、(b)は、同上実施例装置に用いる被測定試料を密封容納した試料容器と、当該試料容器への被測定試料の密封容納状態との一例を順次模式的に示すそれぞれに断面説明図、図3は、同上実施例装置によって試料容器内の被測定試料の含有水分量を測定する状態を模式的に示すそれぞれに断面説明図である。

【0011】最初に、この実施例装置においては、図2(a)から明らかなように、予めドライパージされた耐熱性容器体1の内部に被測定試料2を容納すると共に、当該耐熱性容器体1の開口部1aを水分の侵入不能な薄膜シート状蓋片、ここでは、アルミニウムの箔膜シート片(以下、アルミシート片と呼ぶ)3により接着被蓋して密封シールさせた試料容器10を用いるものであり、被測定試料2の水分測定に際しては、後述するように、この場合、試料容器10を直接的には開蓋させることなく、当該試料容器10のアルミシート片3によって密封された開口部1aを周囲から絶縁シールした上で、当該アルミシート片3を破断して容器内部を絶縁空間部22内に連通させて気化水分を取り出し、測定部に導いて測定検出するものである。

【0012】より一層、詳細に述べると、図2(b)に示されているように、上方に開口された耐熱性容器体1を使用し、当該耐熱性容器体1の開口部1aを水分遮蔽板4の下面に摺接させることにより、外部雰囲気から遮断したまま、加熱パージ処理位置5、ドライガスパー

4

ジ処理位置6、試料投入処理位置7、および密封シール処理位置8の各部へ順次段階的に歩進させ得るようにする。

【0013】そして、まず、前記加熱パージ処理位置5では、熱風導入管5aから熱風を導入して、容器体1内の水分をパージ処理させ、かつ処理後の水分を含んだ廃熱風を廃熱風排出管5bから排出し、また、前記ドライガスパージ処理位置6では、ドライガスとして、例えば、N<sub>2</sub> ガスを用い、前記熱風により、一旦、水分をパージ処理した容器体1内に、ドライガス導入管6aから導入して、再度、容器体1内の水分をより一層、確実にパージ処理させ、同様に、処理後の幾分かの残余の水分を含んだ廃N<sub>2</sub> ガスを廃ドライガス排出管6bから排出する。

【0014】引続き、前記試料投入処理位置7では、容器体1での水分パージ状態を維持したまま、試料導入装置7aから導入シュート7bを通して容器体1内に被測定試料2を投入して容納させ、さらに、前記密封シール処理位置8では、前記水分パージ状態で被測定試料2を容納させた容器体1の開口部1aに対し、開口部シール装置8aにより、アルミシート片3を接着させて密封シールし、このようにして、結果的に、ドライパージ下で被測定試料2を密封容納した試料容器10を得るのである。

【0015】次に、この実施例による前記試料容器10を用いた水分測定装置について述べる。

【0016】この実施例装置は、図1に示されているように、前記試料容器10の複数個を順次に測定位置Aに給送する試料給送装置11と、当該測定位置Aに給送される試料容器10のアルミシート片3をドライパージ下で中空針状の連通管により直接、刺通させる測定作動装置21と、当該中空針状連通管をアルミシート片3に直接、刺通させた試料容器10内での被測定試料2を加熱して水分を気化する加熱装置31と、前記中空針状連通管に接続して連通される測定系をドライパージすると共に、当該測定系を通して前記気化水分を測定部51に導出する測定系ドライパージ装置及び流路制御装置41とを有しており、これらの各装置については、通常の場合、図示省略した主制御部を用い、予めプログラミングされた動作シーケンスに基づいて統一的に制御作動され、各試料容器10内に密封容納された被測定試料2に対する所期通りの水分測定操作を行なうのである。

【0017】しかして、前記試料給送装置11は、所定の回転円軌跡上の等角間隔位置にあって、前記試料容器10を個々に収容かつ保持するための複数の保持穴部13を穿設したターンテーブル12、および当該ターンテーブル12を間欠的かつ歩進的に制御回転させて、各保持穴部13、ひいては、当該各保持穴部13内に収容かつ保持した個々の試料容器10を所定の測定位置Aに順次に移動して給送させる給送用モーター14を設けて構

成する。

【0018】従って、この試料給送装置11においては、ターンテーブル12の各保持穴部13内に試料容器10を個々に収容かつ保持させた状態で、給送用モーター14を制御回転させることによって、該当する試料容器10を順次間欠的に所定の測定位置Aに移動させて給送できる。

【0019】また、前記測定作動装置21は、前記測定位置Aの上方に対応する待機位置に配置されて、昇降用モーター22、およびこの昇降用モーター22によって制御駆動される上下作動機構23と、当該上下作動機構23によって上下作動される測定基板24、および保護カバー25とを有しており、こゝでの測定基板24、および保護カバー25に対しては、それぞれに中空針状をなして、後述するように、測定開始に先立って、測定系ドライバージ装置及び流路制御装置41から供給されるドライガスを下方に噴出するドライガス噴出管26、および試料容器1内の気化水分を取り出す気化水分導出管27と、それに、必要に応じて随伴される熱電対などの加熱温度制御用の温度センサ28とを下方に向け固定させて構成し、前記上下作動機構23による測定基板24、および保護カバー25の下降時にあって、当該保護カバー25をドライバージ下で前記測定位置Aの試料容器10上に被蓋させると共に、前記ドライガス噴出管26、および気化水分導出管27での各下部管端開口部を突出させて、当該試料容器10のアルミシート片3に直接、刺通させ得るようになっている。

【0020】従って、この測定作動装置21においては、ドライガス噴出管26からの測定開始に先立ったドライガスの噴出によって、測定位置Aに供給されている試料容器10の上部周辺が予めドライバージされており、この状態で、上下作動機構23が下降作動されると、ドライガス噴出管26、および気化水分導出管27と温度センサ28とを含む測定基板24、および保護カバー25が下降されて、まず最初に、ドライバージ下でドライガス噴出管26、および温度センサ28のそれぞれが、ついで、気化水分導出管27が、試料容器10のアルミシート片3に対して、順次に直接、刺通されて共に試料容器10内に連通されると共に、当該試料容器10の上部に保護カバー25が被嵌され、前記ドライガス噴出管26によっては、当該試料容器10内のドライバージ雰囲気が維持され、かつ前記気化水分導出管27は、試料容器10内との連通状態を保持し、また、温度センサ28によっては、試料容器10内での温度の検出がなされる。

【0021】また、前記加熱制御装置31は、前記測定作動装置21により、測定位置Aにおいて、アルミシート片3にドライガス噴出管26、気化水分導出管27、および温度センサ28を直接、刺通させ、かつ上部に保護カバー25を被嵌させた試料容器10内での被測定試

料2を加熱して水分を気化するためのもので、当該測定位置Aでの試料容器10の外周囲に対応して配置された加熱コイル32を有しており、当該加熱コイル32に対しては、電源部33から電源を供給させて加熱作用を得ると共に、こゝでの加熱温度は、前記温度制御用温度センサ28によって常時、予め設定された温度範囲内に維持される。

【0022】従って、この加熱制御装置31においては、前記したようにアルミシート片3にドライガス噴出管26、気化水分導出管27、および温度センサ28を直接、刺通させた状態で、加熱コイル32によって試料容器10内での被測定試料2を所要の温度で加熱させ、このようにして得た被測定試料2からの気化水分は、気化水分導出管27から取り出される。

【0023】さらに、前記測定系ドライバージ装置及び流路制御装置41では、前記ドライガス噴出管42によるドライバージをなすと共に、こゝでは、従来から公知であるので、その詳細については省略したが、前記気化水分導出管27に連通される測定系をドライバージさせ、かつ当該気化水分導出管27を通して取り出される気化水分を測定部51に導出して測定操作させ、所期通りに、前記被測定試料2の含有水分量を検出するものであり、この実施例装置の場合には、結果的に、試料容器10内をあらためて無条件で外部に開封させることなしに、つまり、試料容器10内、ひいては、被測定試料2を外部雰囲気に曝して水分の侵入を許したりせずに、当該試料容器10の内部と測定部51との間を連通させることができ、含有水分量の正確な測定が可能になるのである。

【0024】

【発明の効果】以上、各実施例によって詳述したように、この発明装置によれば、ドライバージ下で被測定試料を容納させると共に、開口部を薄膜シート状蓋片により被蓋して密封シールさせた試料容器を用い、当該試料容器内に容納密封された被測定試料の含有水分量を測定する水分測定装置において、試料容器を順次測定位置に給送させる試料給送手段と、測定位置の上方に対応する待機位置に配置され、上下作動機構によって上下作動される測定基板を設け、測定基板には、それぞれに中空針状をなしてドライガスを下方に噴出するドライガス噴出管、気化水分を取り出す気化水分導出管を下方に向けて固定させ、測定基板の下降時に、噴出管、および導出管の各下部管端開口部を測定位置に突出させて試料容器の薄膜シート状蓋片に直接、刺通させ得るようにした測定作動装置と、測定位置での試料容器を外周囲から加熱して、当該試料容器内での被測定試料の含有水分を気化させる加熱装置と、気化水分導出管を通して取り出される気化水分をドライバージ下で測定部に導出する測定系ドライバージ装置及び流路制御装置とを備えて構成させたから、試料給送装置によって測定位置に給送される試料

容器に対し、測定作動装置の測定基板を待機位置から下降作動させることによって、ドライガス噴出管からのドライガスの噴出でドライバージ下に保持された試料容器の薄膜シート状蓋片に、ドライガス噴出管、気化水分導出管での中空針状の各下部管端開口部を直接、刺通させて、これらのドライガス噴出管、および気化水分導出管を容器内部に連通させ得るもので、この状態で、加熱装置により、試料容器内の被測定試料を加熱して含有水分を気化でき、かつ測定系ドライバージ装置及び流路制御装置により、気化水分をドライバージ下で測定部に導出させて測定操作でき、これによって試料容器内への周囲雰囲気からの水分の侵入を阻止した状態での測定が可能になり、結果的に、被測定試料の含有水分量を極めて正確かつ厳密に測定し得る利点を有し、しかも、従来の場合とは全く異なって、試料容器を開蓋させるための手段が不要であるために、装置構成をも簡略化できて容易に実施可能であるなどの優れた特長を有するものである。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の一実施例を適用した水分測定装置の概要を模式的に示す構成説明図である。

【図2】(a)、(b)は、同上実施例装置に用いる被測定試料を密封容納した試料容器と、当該試料容器への被測定試料の密封容納態様との一例を順次模式的に示すそれぞれに断面説明図である。

【図3】同上実施例装置によって試料容器内の被測定試料の含有水分量を測定する態様を模式的に示すそれぞれに断面説明図である。

#### 【符号の説明】

1 試料容器としての耐熱性容器体

1 a 耐熱性容器体の開口部

2 被測定試料

3 アルミシート片（水分の侵入不能な薄膜シート状蓋片）

4 水分遮蔽板

5 加熱バージ処理位置

5 a 熱風導入管

5 b 廃熱風排出管

6 ドライガスバージ処理位置

6 a ドライガス導入管

6 b 廃ドライガス排出管

7 試料投入処理位置

7 a 試料導入装置

10 7 b 導入シュート

8 密封シール処理位置

8 a 開口部シール装置

10 ドライバージ下で被測定試料を密封容納した試料容器

11 試料給送装置

12 ターンテーブル

13 保持穴部

14 給送用モーター

21 測定作動装置

20 22 昇降用モーター

23 上下作動機構

24 測定基板

25 保護カバー

26 ドライガス噴出管

27 気化水分導出管

28 加熱温度制御用の温度センサ

31 加熱装置

32 加熱コイル

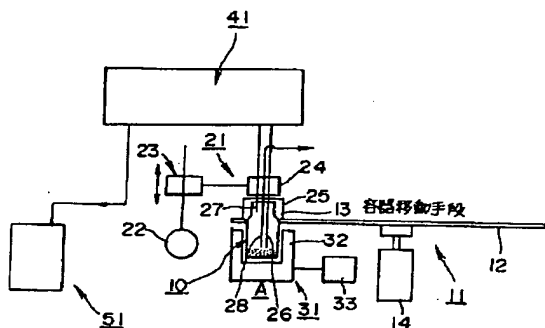
33 電源部

30 41 測定系ドライバージ装置及び流路制御装置

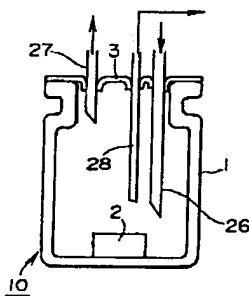
51 測定部

A 測定位置

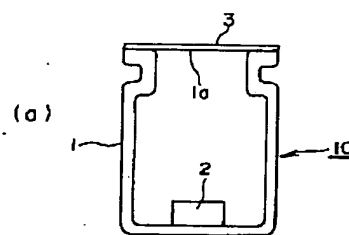
【図1】



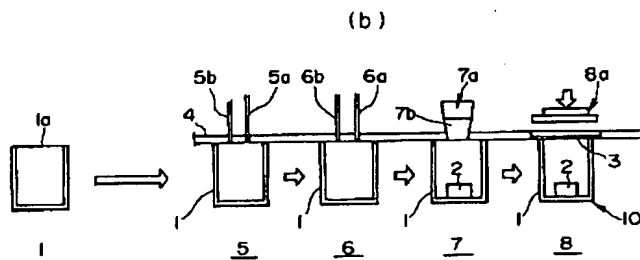
【図3】



【図2】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成5年12月14日

【手続補正1】

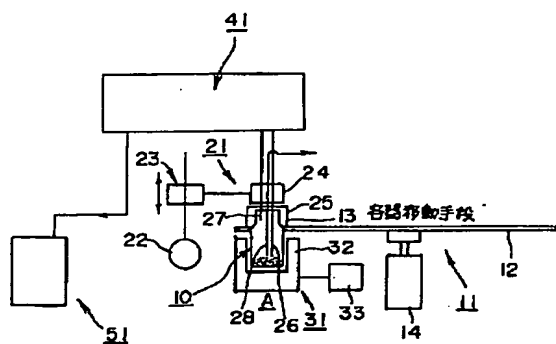
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】全図

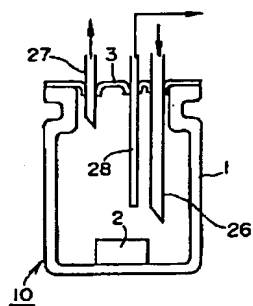
【補正方法】変更

【補正内容】

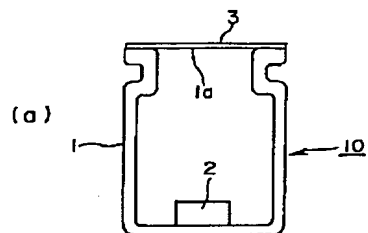
【図1】



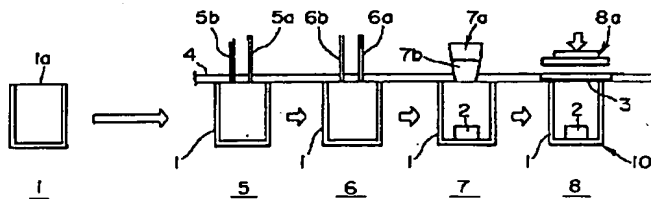
【図3】



【図2】



(b)



**MOISTURE MEASURING DEVICE**

Patent Number: JP6186149  
Publication date: 1994-07-08  
Inventor(s): HASEGAWA KAZUHIRO; others: 01  
Applicant(s): MITSUBISHI KASEI CORP  
Requested Patent: ☐ JP6186149  
Application Number: JP19920298196 19921012  
Priority Number(s):  
IPC Classification: G01N1/22; G01N31/00  
EC Classification:  
Equivalents:

**Abstract**

**PURPOSE:** To measure moisture in a measured sample, keeping the sealed state in a sample vessel by containing the measured sample under dry purge and using the sample vessel sealing the opening with a thin film sheet lid piece.

**CONSTITUTION:** A sample supply means 11 supplying a sample vessel 10 to a measuring position A and a measuring base plate 24 arranged in a stand-by position above the measuring position A and moved up and down with an up and down moving mechanism 23 are provided. To the measuring base plate 24, a hollow needle type dry gas discharge pipe 26 and a vapourized moisture extraction pipe 27 are fixed, and a measuring operation device 21 for directly penetrating the thin film sheet shape lid piece by projecting the lower end opening of the discharge pipe 26 and extraction pipe 27 to the measuring position A during the descending of the measuring base plate 24 and a heating device 31 for vapourizing the contained moisture in the measured sample by heating the sample vessel 10 from outside at the measuring position A are provided. Also provided are a measuring system dry purge device and a flow path control device 41 extracting the vapourized moisture taken out of the vapourized moisture extraction 27 to a measuring part 51 under dry purge.

Data supplied from the esp@cenet database - I2